

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-204317

(43)Date of publication of application : 04.08.1998

(51)Int.Cl.

C09C 1/04

A61K 7/02

(21)Application number : 09-028558

(71)Applicant : KANEBO LTD

(22)Date of filing : 27.01.1997

(72)Inventor : KURODA AKIHIRO

## (54) COMPOSITE POWDER AND COSMETIC

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a composite powder having ultraviolet-intercepting effect, suppressed activity, excellent stability and safety and excellent touch in use, by compositing a heat-treated suppressed-activity zinc oxide powder with an inorganic powder and to obtain a cosmetic.

SOLUTION: A zinc oxide powder having a mean primary particle diameter of 5nm-100μm, especially 5-100nm itself has strong activity, and therefore its activity is most greatly affected by treatment of lowering activity. Besides, it can be easily composited with an inorganic powder, so that it is particularly desirable. It is spherical, platy, irregular or the like in shape, and its particle size distribution is not particularly limited. This powder is heat-treated by directly heating it to 600-1,700° C for 0.1-48hr or by irradiating it with electromagnetic waves to obtain a suppressed-activity zinc oxide powder. It is also possible that the obtained powder is further subjected to surface treatment such as silicone treatment or silane treatment. The inorganic powder used is e.g. apatite or hydroxyapatite having a particle diameter of 0.05-100μm and being spherical, platy or the like in shape. This powder is composite with the above obtained suppressed-activity zinc oxide powder in a weight ratio of 1:99 to 99:1.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

**\* NOTICES \***

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

[Claim(s)]

[Claim 1] The composite powder object characterized by compound-izing the activity control mold zinc-oxide fine particles which heat-treated zinc-oxide powder at the temperature of 600-1700 degrees C with inorganic powder, and being obtained.

[Claim 2] The charge of makeup characterized by containing a composite powder object according to claim 1.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the charge of makeup containing the composite powder object which compound-ized the zinc-oxide fine particles which controlled activity by heating zinc-oxide powder with inorganic powder, and these fine particles. Furthermore, it is heating zinc-oxide powder at an elevated temperature in detail, and is containing the composite powder object acquired by compound-izing the zinc-oxide fine particles by which various activity's, such as the photocatalyst activity's of a zinc oxide and solid acid activity's, was controlled with inorganic powder, and the stability of a product, safety, the ultraviolet-rays defense effectiveness, and the charge of makeup excellent in the feel at the time of use are offered.

[0002]

[Description of the Prior Art] Zinc-oxide powder is excellent in the ultraviolet-rays defense effectiveness, and has sterilizing properties, there is the description which was [ be / optically / little whiteness ] excellent, and even when it compound-izes with other fine particles, the description which was excellent in the zinc-oxide origin can be acquired. Moreover, zinc oxide powder is a material soft [ compared with titanium oxide etc. / comparatively ] and desirable for acquiring a composite powder object in mechanochemical. For example, the technique which compound-izes the zinc-oxide powder siliconized by JP,8-245343,A etc. for the purpose of improvement in sebum control nature and a feeling of use by fine particles is proposed.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, although zinc-oxide powder was excellent in functionality, and various kinds of activity was strong therefore, the technique which may affect the stability of a product and controls this activity was needed. When the activity of zinc-oxide powder was

strong, pass through oils, perfume, etc. in the charge of makeup, and it was made to deteriorate in the time, and it needed to become the cause of a smell or discoloration, and the skin may be made to generate troubles, such as blurring, and such activity needed to be suppressed as low as possible. Then, even if it performed the approach of covering zinc-oxide powder with silicone etc. as mentioned above, it is difficult to control the activity of a zinc oxide completely, and the combination presentation of the charge of makeup etc. had a limit. Namely, this invention aims at offering the composite powder object and the charge of makeup which have the ultraviolet-rays defense effectiveness, and activity was controlled, and were excellent in stability and safety, and were excellent also in the feel at the time of use.

[0004]

[Means for Solving the Problem] As a result of inquiring wholeheartedly in view of the above-mentioned actual condition, this invention people are heating zinc-oxide powder at the temperature of 600-1700 degrees C, and found out that the activity of a zinc oxide could be controlled. And when the composite powder object compound-ized with inorganic powder based on these activity control mold zinc-oxide fine particles was blended with the charge of makeup, it found out that the stability of a product, safety, and the charge of makeup that was excellent with the feel at the time of use were obtained. That is, this invention relates to the composite powder object characterized by compound-izing the activity control mold zinc-oxide fine particles which heat-treated zinc-oxide powder at the temperature of 600-1700 degrees C with inorganic powder, and being obtained. Moreover, this invention relates to the charge of makeup characterized by containing this composite powder object.

[0005]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, it explains in full detail about the configuration of this invention. As for the zinc-oxide powder used by this invention, it is desirable that it is in the range the first [ an average of ] particle diameter of whose is 5nm - 100 micrometers, and what is in the range which is 5-100nm especially is desirable. Since particle diameter is too small, when it is difficult to obtain industrially and it exceeds 100 micrometers in less than 5nm, since the particle is large, and the activity itself is low compared with a particle zinc oxide, it is rare for the activity itself to pose a problem. Moreover, while in the case of the particle zinc oxide which is in the range whose first [ an average of ] particle diameter is 5-100nm especially the activity of the fine particles itself is strong and there is the description from which the effectiveness of activity fall processing of this invention is acquired most strongly, especially since it is easy to perform compound-ization with inorganic powder, it is desirable. Approaches, such as an approach using laser diffraction and dispersion as a measuring method of particle diameter, dynamic light scattering, and electron microscope observation, are mentioned.

[0006] As a configuration of the zinc-oxide powder used by this invention, although configurations, such as the shape of the shape of a globular shape, tabular, fusiform, and an indeterminate form, a cylinder, and a scale, are mentioned, in order that there may be no direct relation to control of activity, it is not limited especially, for example. Moreover, it is not limited by the reason with the same said of particle size distribution.

[0007] In this invention, a 600-1700-degree C temperature requirement and the activity control mold zinc-oxide fine particles heat-treated preferably in the 800-1200-degree C temperature requirement are used for zinc-oxide powder. At less than 600 degrees C, if control of activity is inadequate and it exceeds 1700 degrees C, a zinc oxide sublimates, and since it is poisonous, this gas has a not desirable problem to an environment or the body, and it is necessary to heat-treat it in the above-mentioned temperature requirement.

[0008] As heating time, 0.1 - 48 hours is 1 - 12 hours desirable still more preferably. Activity controlling becomes inadequate in less than 0.1 hours, and a production cost may become high if it exceeds 48 hours.

[0009] Although the approach of heating directly the zinc-oxide powder put into containers, such as crucible, as the heating approach using gas or the electrical and electric equipment, the approach using an electromagnetic wave, etc. are mentioned, it will not be limited especially if it is in the above-mentioned temperature conditions.

[0010] It is possible to carry out surface treatment of the obtained activity control mold zinc-oxide powder, and to use it in this invention, by the approach that siliconization, silicone resin processing, silanizing, alkyl silanizing, titanium coupling agent processing, fluorine compound processing, oils processing, metallic soap processing, wax treating, amino acid processing, N-acylation lysine processing, metallic-oxide processing, plasma treatment, \*\* agent processing, etc. are conventionally better known still. In addition, as an example of fluorine compound processing, perfluoro alkyl phosphate, a perfluoro polyether, a fluorine content silicone compound, a perfluoroalkyl silane, etc. are mentioned.

[0011] The object which is in the range whose particle size is 0.05–100 micrometers as inorganic powder used by this invention is desirable. If compound-izing with zinc-oxide fine particles is difficult and exceeds 100 micrometers in less than 0.05 micrometers, a feel may not be desirable when it blends with the charge of makeup. As a configuration of inorganic powder, especially although configurations, such as the shape of the shape of a globular shape, tabular, fusiform, and an indeterminate form, a cylinder, and a scale, are mentioned, it is not limited.

[0012] As an example of the above-mentioned inorganic powder used by this invention, metal salts, such as pearl pigments, such as extenders, such as white pigments, such as colored pigments, such as an apatite, hydronalium SHIKIAPA tightness, yellow oxide of iron, red ferrous oxide, black oxide of iron, chromic oxide, ultramarine blue, and Berlin blue, titanium oxide, and cerium oxide, talc, a mica, a sericite, and a kaolin, and mica titanium, a barium sulfate, a calcium carbonate, a magnesium carbonate, aluminum silicate and magnesium silicate, a silica, an alumina, a bentonite, a smectite, boron nitride, silicon carbide, silicon nitride, etc. be mentioned

[0013] In this invention, said thing [ carrying out surface treatment and using these inorganic powder similarly, by the approach that silicon oil processing, silicone resin processing, silanizing, alkyl silanizing, titanium coupling agent processing, fluorine compound processing, oils processing, metallic soap processing, wax treating, amino acid processing, N-acylation lysine processing, metallic-oxide processing, plasma treatment, \*\* agent processing, etc. are conventionally better known still, ] is possible. In addition, as an example of fluorine compound processing, perfluoro alkyl phosphate, a perfluoro polyether, a fluorine content silicone compound, a perfluoroalkyl silane, etc. are mentioned.

[0014] Although this invention relates to the composite powder object which was excellent in the feel at the time of use of the charge of makeup by compound-izing the above-mentioned activity control mold zinc-oxide fine particles with inorganic powder With compound-ization said by invention, \*\* wet blending and the drying method, a spray dryer, etc. are used. Fine particles Adhesion processing is carried out [ a coagulation treatment or ], \*\* Say combining fine particles chemically using producing compound-ization in mechanochemical using a ball mill etc., \*\* coupling agent, adhesive resin, etc. The configuration of compound-ized fine particles is not especially limited, in order to change with compound-ized arts, particle size, etc. to be used a lot.

[0015] As a ratio of compound-izing of the activity control mold zinc-oxide fine particles of this invention, and inorganic powder, it is a weight ratio, and it is desirable that it is the range of 1:99–99:1. In any range other than this, the effectiveness of compound-izing is weak and functions, such as a feel, may fully be unable to demonstrate.

[0016] It is desirable in order that blending one or more sorts of components chosen from an ultraviolet-rays defense agent (an inorganic system and an organic system are included), an anti-oxidant, and a radical elimination agent with the above-mentioned composite powder object in this invention may attain the purpose of this invention.

[0017] The ultraviolet-rays defense agent of the organic system which has an absorption property corresponding to UV-A (wavelength of 400–320nm) and UV-B (320nm – 280nm) as an ultraviolet-rays defense agent, and an inorganic system can be used. As an example of an organic system ultraviolet-rays defense agent, for example Para methoxycinnamic acid 2-ethylhexyl, PARAJI methylamino benzoic-acid 2-ethylhexyl, 2-hydroxy-4-methoxybenzophenone, 2-hydroxy-4-methoxybenzophenone-5-sulfuric-acid, 2, and 2'-dihydroxy-4-methoxybenzophenone, p-methoxy hydro cinnamic-acid diethanolamine salt, p aminobenzoic acid (henceforth) Salicylic-acid gay menthyl, methyl-O-amino benzoate which are abbreviated to PABA, 2-ethylhexyl-2-cyano – 3 and 3-diphenyl acrylate, The octyl dimethyl PABA, methoxycinnamic acid octyl, salicylic-acid octyl, A 2-phenyl-benzimidazole-5-sulfuric acid, salicylic-acid triethanolamine, 3-(4-methyl benzylidene) camphor, 2, 4-dihydroxybenzophenone, 2, 2', and 4 and 4 -- a - tetra-hydroxy benzophenone, and '2, 2' – dihydroxy -4 and 4' – dimethoxy benzophenone -- 2-hydroxy-4-N-octoxybenzophenone, 4-isopropyl dibenzoylmethane, Butyl methoxydibenzoylmethane, 4-(3, 4-dimethoxy phenyl methylene)-2, and 5-dioxo-1-imidazolidine propionic-acid-2-ethylhexyl etc. is mentioned. Furthermore, the compound which derivatized by the hydrocarbon system macromolecule, the silicone system macromolecule, the silane, etc. based on these frames is also usable.

[0018] Fine particles, such as the titanium dioxide which is in the range whose first [ an average of ] particle diameter is 5–300nm as an example of an inorganic system ultraviolet-rays defense agent, low hypo---ic acid-ized titanium, cerium oxide, cobalt oxide, a cerium oxide zirconium, and iron oxides, are mentioned. Moreover, as a configuration of these fine particles, especially although the shape of a globular shape, fusiform, a cylinder, and an indeterminate mold, tabular, etc. are mentioned, it is not limited.

- Moreover, surface treatment may be performed for these fine particles by the well-known approach further conventionally. As an example of surface treatment, said same well-known surface treatment can be mentioned conventionally.

[0019] As an example of an anti-oxidant and a radical elimination agent, the matter with conventionally well-known tocopherols, SOD (superoxide DISUMUSUTAZE), phenols, terpenes, butylhydroxytoluene, vitamin C, a vegetable extract component, catechins (a tea extract, rice bran oil, the Amsonia elliptica extract, a \*\*\*\* extract, persimmon extract, etc.), chlorophyll, porphyrins, a microorganism production component, etc. is mentioned, for example.

[0020] At the charge of makeup of this invention, components, such as the fine particles (the pigment, coloring matter, resin) and oils which are usually used for the charge of makeup other than the above-mentioned component, a fluorine compound, resin, a surfactant, a \*\* agent, antiseptics, perfume, a moisturizer, a bioactive component, salts, a solvent, a chelating agent, a neutralizer, pH regulator, and ceramides, can be blended with coincidence.

[0021] As fine particles which can be suitably blended by this invention into [ other than said composite powder object which is an indispensable component ] the charge of makeup For example, coloring matter, such as red No. 104, red No. 201, yellow No. 4, blue No. 1, and black No. 401, Lake coloring matter, such as a yellow No. 4 aluminum lake and a yellow No. 203 Ba lake, nylon powder, Silk powder, urethane powder, Teflon powder, silicone powder, Macromolecules, such as cellulose powder, yellow oxide of iron, a red iron oxide, black oxide of iron, Colored pigments, such as chromic oxide, carbon black, ultramarine blue, and Berlin blue, a zinc oxide, White pigments, such as titanium oxide and cerium oxide, talc, a mica, a sericite, Inorganic fine particles, such as metal salts, such as pearl pigments, such as extenders, such as a kaolin, and mica titanium, a barium sulfate, a calcium carbonate, a magnesium carbonate, aluminum silicate, and a magnesium silicate, a silica, and an alumina, a bentonite, a smectite, etc. are mentioned. Although there is especially no limit in the configuration of these fine particles, magnitude, and surface treatment, as surface treatment, siliconization, fluorine compound processing, N-acylation lysine processing, \*\* agent processing, etc. are desirable.

[0022] As an example of oils, cetyl alcohol, isostearyl alcohol, Higher alcohol, such as lauryl alcohol, hexadecyl alcohol, and an octyl dodecanol, Fatty acids, such as isostearic acid, undecylenic acid, and oleic acid, a glycerol, Polyhydric alcohol, such as a sorbitol, ethylene glycol, propylene glycol, and a polyethylene glycol, Myristic-acid Millis Chill, lauric-acid hexyl, oleic acid DESHIRU, Myristic-acid isopropyl, dimethyl octanoic-acid hexyl DESHIRU, glyceryl monostearate, Ester, such as a diethyl phthalate, monostearin acid ethylene glycol, and oxy-stearin acid octyl Fats and oils, such as lows, such as hydrocarbons, such as a liquid paraffin, vaseline, and squalane, lanolin, reduction lanolin, and a cull navarho, a mink oil, cacao butter, palm oil, palm kernel oil, camellia oil, sesame oil, castor oil, and olive oil, ethylene alpha-olefin co-oligomer, etc. are mentioned.

[0023] As an example of the oils of another gestalt, for example Moreover, dimethylpolysiloxane, Methil hydrogen polysiloxane, a methylphenyl polysiloxane, Polyether denaturation organopolysiloxane, a fluoro alkyl polyoxyalkylene covariance polysiloxane, Alkyl denaturation organopolysiloxane, terminal modification organopolysiloxane, Fluorine denaturation organopolysiloxane, an AMOJIMECHI cone, amino denaturation organopolysiloxane, Sugar denaturation silicone, glyceryl denaturation silicone, silicone gel, acrylic silicone, Fluorine compounds, such as silicone compounds, such as a trimethylsiloxy silicic acid and silicone RTV rubber, a perfluoro polyether, a fluoride pitch, fluorocarbon, fluoro alcohol, and fluorination silicone resin, are mentioned.

[0024] As a surface active agent, an anion mold surface active agent, a cation mold surface active agent, the Nonion mold surface active agent, and a betaine mold surface active agent can be used, for example.

[0025] As a solvent which can be used for the charge of makeup of this invention, purified water, ethanol, light flow isoparaffin, lower alcohol, ether, LPG, fluorocarbon, N-methyl pyrrolidone, fluoro alcohol, a perfluoro polyether, a chlorofluorocarbon-replacing material, volatile silicone, etc. are mentioned.

[0026] As a charge of makeup of this invention, charges of basic makeup, such as charges of makeup makeup, such as foundation, face powder, eye shadow, an eyeliner, a teak, a lip stick, and a nail color, a milky lotion, a cream, a lotion, a sun block, a suntan agent, an aftershave lotion, a pre-shave lotion, a charge of a pack, a charge of cleansing cream, and a charge of washing their face, hair coloring, body powder, a deodorant, soap, a body shampoo, a bathing agent a perfume, etc. be mentioned

[0027] Moreover, as loadings of the composite powder object in the charge of makeup of this invention, per charge of makeup 100 weight section and the 0.1 - 100 weight section are 0.5 - 60 weight sections desirable still more preferably.

[0028]

[Example] Hereafter, an example and the example of a comparison explain this invention concretely. In addition, the evaluation trial of various activity, the organoleptic property evaluation trial, and the ultraviolet-rays defense effectiveness trial were performed by the following approach.

[0029] (1) According to the approach (color material, 55 volumes, No. 12, 864-871 pages, 1982) of solid acid activity evaluation trial Fukui and others, the resultant (a propylene, acetone) of the shift reaction of isopropyl alcohol was analyzed by the gas chromatograph using the pulse reactor, and activity was evaluated. When solid acid activity of the example of a comparison was set to 100 and solid acid activity of an example was set to A, in accordance with the criteria shown in Table 1, it evaluated from the value of A.

[0030]

[Table 1]

Aの値	評 価
0 ~ 2 5	○
2 6 ~ 5 0	△
5 1 以上	×

[0031] (2) Activity evaluation trial (existence of deterioration)

The composite powder object of an example and the example of a comparison was mixed at 5% of the weight of a rate in white vaseline, and the existence of deterioration was judged from the appearance view and smell when leaving it for ten days at 60 degrees C.

[0032] (3) Using ten organoleptic property evaluation trial special panelists, the charge of makeup of a prototype was applied to the skin, and the organoleptic property was evaluated. a feel -- excelling -- \*\* -- +five points and a feel -- \*\*\*\* -- zero point -- carrying out -- the meantime -- a total of four steps -- evaluating -- the sum total of all the members' mark -- with, it considered as the evaluation result. Therefore, it is shown that evaluation is so high that mark are high.

[0033] (4) Using the ten ultraviolet-rays defense effectiveness trial special panelists, the charge of makeup of a prototype was applied to the skin, and the ultraviolet-rays defense effectiveness was evaluated. In the daytime, (one day), tennis was performed outdoors and it evaluated in accordance with the valuation basis shown in Table 2 from the condition of suntan (instancy melanism). the sum total of all panelists' mark -- with, it considered as the evaluation result. Therefore, it is shown that the ultraviolet-rays defense effectiveness is so high that mark are high.

[0034]

[Table 2]

状 態	点 数
即時黒化が全く認められない	+ 5 点
やや即時黒化が認められる	+ 2 点
黒化が認められる	0 点

[0035] The reforming particle zinc oxide with which example 1 the first [ an average of ] particle diameter covered what heated the particle zinc oxide which is 16nm at 800 degrees C for 4 hours 3% of the weight using the N-lauroyl-L-lysine was obtained. Next, after mixing a reforming particle zinc oxide, a sericite with a particle diameter [ first / an average of ] of 11 micrometers, and fluorination silicone resin in the weight ratio of 15:83:2 in an isopropyl alcohol solvent, heating removal of the solvent was carried out under reduced pressure. After carrying out stoving of the obtained powder at 110 degrees C for 3 hours, it ground using the mixer and the composite powder object made into the purpose was acquired. The acquired composite powder object had taken the form where the particle zinc oxide covered the sericite front face to homogeneity.

[0036] The zinc oxide whose example 2 first [ an average of ] particle diameter is 16 micrometers was

- heated at 1100 degrees C for 6 hours, and reforming zinc-oxide fine particles were obtained. Next, after rough-mixing reforming zinc-oxide fine particles and the silica whose first [ an average of ] particle diameter is 8 micrometers in the weight ratio of 50:50 using a mixer, compound-ization was carried out in mechanochemical using on-GUMIRU (Hosokawa Micron CORP. make), and the composite powder object made into the purpose was acquired. The acquired composite powder object had taken the configuration in which zinc-oxide fine particles have covered the silica front face.

[0037] The tabular zinc oxide whose example 3 first [ an average of ] particle diameter is 12 micrometers was heated at 900 degrees C for 6 hours, and reforming tabular zinc-oxide fine particles were obtained. next, underwater -- reforming tabular zinc-oxide fine particles, a silica with a particle diameter [ first / an average of ] of 8nm, and an alumina with a particle diameter [ first / an average of ] of 30nm -- the weight of 90:5:5 -- a ratio -- the fine-particles weight ratio after mixing -- after performing and carrying out stoving of the covering processing with 5% of the weight of a deoxyribonucleic acid (DNA), the composite powder object which pulverizes with an atomizer and is made into the purpose was acquired. The acquired composite powder object had taken the configuration in which the silica and the alumina have covered the zinc-oxide fine-particles front face mostly.

[0038] The particle zinc oxide which is not heated [ same ] as having used in the example 1 instead of the reforming particle zinc oxide of example of comparison 1 example 1 was used, and also [ all ] the composite powder object was acquired like the example 1.

[0039] The zinc oxide which is not heated [ same ] as having used in the example 2 instead of the reforming zinc oxide of example of comparison 2 example 2 was used, and also [ all ] the composite powder object was acquired like the example 2.

[0040] The tabular zinc oxide which is not heated [ same ] as having used in the example 3 instead of the reforming tabular zinc oxide of example of comparison 3 example 3 was used, and also [ all ] the composite powder object was acquired like the example 3.

[0041] Example of comparison 4 the first [ an average of ] particle diameter covered using the N-lauroyl-L-lysine what heated the particle zinc oxide which is 16nm at 800 degrees C for 4 hours 3% of the weight, obtained the reforming particle zinc oxide, and mixed this and a sericite with a mean particle diameter of 11 micrometers using the mixer in the weight ratio of 17:83, and mere mixed fine particles were obtained.

[0042] Foundation was obtained according to the formula shown in Table 3 of the example 4 following. In addition, as a fluoridization pigment, the 5 % of the weight processing article of perfluoro alkyl phosphate was used. Furthermore, as a silicone elastomer / a dimethylpolysiloxane kneading object, silicone elastomer concentration used what is 40 % of the weight. The unit of loadings is weight %.

[0043]

[Table 3]

配 合 成 分	配合量
成分A	
複合粉体 (実施例1)	15.5
複合粉体 (実施例2)	1
複合粉体 (実施例3)	10
フッ素処理アルミナシリカ処理微粒子酸化チタン (平均一次粒子径35nm)	5
フッ素処理酸化鉄	4.5
フッ素処理酸化チタン (平均一次粒子径0.23μm)	8
フッ素処理タルク	19
フッ素処理板状硫酸バリウム	20
成分B	
シリコーンエラストマー／ジメチルポリシロキサン混練物	10
パーフルオロアルキル・ポリオキシアルキレン共変性 ポリシロキサン (HLB=1.1)	3
有機系紫外線防御剤 (ジボダン社製パラソルMCX)	3
パーフルオロポリエーテル	1
防腐剤, 抗酸化剤	適量



[0044] Components A and B were mixed using the mixer, respectively. The mixed component B was dropped slowly, agitating the mixed component A. Furthermore, after using the mixer and mixing, it ground using the atomizer, the \*\* type was carried out to the metal dish using metal mold, and the product of foundation was obtained.

[0045] The composite powder object of the example 1 of a comparison was used instead of the composite powder object (example 1) in the example of comparison 5 example 4, instead of the composite powder object (example 2), the composite powder object of the example 2 of a comparison was used, instead of the composite powder object (example 3), the composite powder object of the example 3 of a comparison was used, and also [ all ] the product of foundation was obtained like the example 4.

[0046] The mixed fine particles of the example 4 of a comparison were used instead of the composite powder object (examples 1-3) in the example of comparison 6 example 4, and also [ all ] the product of foundation was obtained like the example 4.

[0047] The evaluation result of the solid acid activity of a composite powder object and activity (existence of deterioration) produced in the example and the example of a comparison is shown in following Table 4 and 5.

[0048]

[Table 4]

	比較対象	固体酸活性
実施例 1	比較例 1	○
実施例 2	比較例 2	○
実施例 3	比較例 3	○

[0049]

[Table 5]

	活性 (変質の有無)
実施例 1	問題なし
実施例 2	問題なし
実施例 3	問題なし
比較例 1	変臭発生
比較例 2	変臭発生
比較例 3	やや変臭発生
比較例 4	問題なし

[0050] As for examples 1-3, the result of Table 4 showed that catalytic activity was falling sharply as compared with the examples 1-3 of a comparison. Although Table 5 was as a result of accelerated aging, in the examples 1-3, it turned out that it passes and the possibility of generating of the stench in the time is falling sharply to a product passing through the examples 1-3 of a comparison which blended the zinc-oxide fine particles which have not controlled activity, and generating a stench in the time.

[0051] The evaluation result of the foundation produced in an example 4 and the examples 5-6 of a comparison is shown in the following table 6.

[0052]

[Table 6]



	官能特性	紫外線防御効果
実施例 4	4 6	5 0
比較例 5	4 5	5 0
比較例 6	3 1	5 0

[0053] It did not generate but, as for phenomena, such as condensation and welding, Table 6 showed having the same conventional organoleptic property as a product and the conventional ultraviolet-rays defense effectiveness, even when the composite powder object of the reforming zinc-oxide fine particles of the activity control mold heated at the elevated temperature of an example 4 was used. And also when a product was used continuously, the effect on the skin was not accepted. Moreover, the example 4 had the engine performance excellent also in the sebum adsorption property of the zinc-oxide fine-particles origin. Furthermore, when compound-ization was not performed but the mixture of reforming zinc-oxide fine particles and inorganic powder was simply used from the result of the example 6 of a comparison, it turned out that organoleptic property gets worse compared with the case where compound-ization is performed.

[0054]

[Effect of the Invention] It is clear from the above thing the charge's of this invention in which the activity of zinc-oxide powder is controlled and the composite powder object of this invention contains this composite powder object of makeup to excel in stability and safety more and to excel in the feel at the time of use and the ultraviolet-rays defense effectiveness.

---

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-204317

(43) 公開日 平成10年(1998) 8月4日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C 0 9 C 1/04

C 0 9 C 1/04

A 6 1 K 7/02

A 6 1 K 7/02

P

審査請求 未請求 請求項の数2 F D (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平9-28558

(22) 出願日 平成9年(1997) 1月27日

(71) 出願人 000000952

鐘紡株式会社

東京都墨田区墨田五丁目17番4号

(72) 発明者 黒田 章裕

神奈川県小田原市寿町5丁目3番28号 鐘紡株式会社化粧品研究所内

(54) 【発明の名称】 複合粉体及び化粧料

(57) 【要約】

【課題】 活性を抑制した酸化亜鉛の複合粉体、及び安定性と安全性に優れ、かつ使用時の感触と紫外線防御効果に優れた化粧料を提供する。

【解決手段】 酸化亜鉛粉末を600～1700℃の温度にて加熱して得られる活性抑制型酸化亜鉛を無機粉末で複合化した複合粉体、及び該複合粉体を含有する化粧料。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 酸化亜鉛粉末を600～1700℃の温度にて加熱処理した活性抑制型酸化亜鉛粉末を、無機粉末で複合化して得られることを特徴とする複合粉体。

【請求項2】 請求項1記載の複合粉体を含有することを特徴とする化粧品。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、酸化亜鉛粉末を加熱することで活性を抑制した酸化亜鉛粉末を、無機粉末で複合化した複合粉体、及び該粉体を含有する化粧品に関する。更に詳しくは、酸化亜鉛粉末を高温で加熱することで、酸化亜鉛の光触媒活性、固体酸活性等の各種活性が抑制された酸化亜鉛粉末を、無機粉末で複合化することによって得られた複合粉体を含有することで、製品の安定性、安全性、紫外線防御効果、及び使用時の感触に優れた化粧料を提供する。

## 【0002】

【従来の技術】酸化亜鉛粉末は、紫外線防御効果に優れ、殺菌力があり、光学的にも白さが少ない等の優れた特徴があり、他の粉体と複合化した場合でも酸化亜鉛由来の優れた特徴を得ることができる。また、酸化亜鉛粉末は酸化チタン等と比べて比較的軟らかく、メカノケミカル的に複合粉体を得るには好ましい素材である。例えば、特開平8-245343号公報等で、皮脂コントロール性と使用感の向上を目的として、シリコン処理した酸化亜鉛粉末を粉体で複合化する技術が提案されている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、酸化亜鉛粉末は機能性に優れるが、各種の活性が強いが故に製品の安定性に影響を与える場合があり、この活性を抑制する技術が必要とされていた。酸化亜鉛粉末の活性が強いと、化粧品中の油剤や香料等を経時で変質させ、臭いや変色の原因となったり、皮膚にかぶれ等のトラブルを発生させる場合があり、これらの活性をなるべく低く抑える必要があった。そこで、前記のように酸化亜鉛粉末をシリコン等で被覆する方法を行っても、酸化亜鉛の活性を完全に抑制することは困難であり、化粧料の配合組成等に制限があった。すなわち、本発明は、紫外線防御効果を有し、活性が抑制され、安定性と安全性に優れ、かつ使用時の感触にも優れた複合粉体及び化粧料を提供することを目的とするものである。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】本発明人は、上述の実情に鑑み、鋭意研究した結果、酸化亜鉛粉末を600～1700℃の温度にて加熱することで、酸化亜鉛の活性が抑制できることを見いだした。そして、この活性抑制型酸化亜鉛粉末をもとに無機粉末で複合化した複合粉体を化粧料に配合したところ、製品の安定性、安全性、及び

使用時の感触により優れた化粧料が得られることを見いだした。すなわち、本発明は、酸化亜鉛粉末を600～1700℃の温度にて加熱処理した活性抑制型酸化亜鉛粉末を、無機粉末で複合化して得られることを特徴とする複合粉体に関する。また、本発明は、該複合粉体を含有することを特徴とする化粧料に関する。

## 【0005】

【発明の実施の形態】以下、本発明の構成について詳説する。本発明で用いる酸化亜鉛粉末は、その平均一次粒子径が5nm～100μmの範囲にあることが好ましく、特に5～100nmの範囲にあるものが好ましい。5nm未満では、粒子径が小さすぎるため工業的に得ることが難しく、また100μmを超えると、粒子が大きいために微粒子酸化亜鉛と比べて活性自体が低いため、活性自体が問題となることが少ない。また、特に平均一次粒子径が5～100nmの範囲にある微粒子酸化亜鉛の場合、粉体自体の活性が強く、本発明の活性低下処理の効果が最も強く得られる特徴があると共に、無機粉末との複合化を行い易いため特に好ましい。粒子径の測定方法としては、レーザー回折・散乱を用いる方法、動的光散乱法、電子顕微鏡観察等の方法が挙げられる。

【0006】本発明で用いる酸化亜鉛粉末の形状としては、例えば、球状、板状、紡錘状、不定形状、棒状、鱗片状等の形状が挙げられるが、活性の抑制には直接関係が無い場合、特に限定されない。また、粒度分布についても同様な理由により限定されない。

【0007】本発明では、酸化亜鉛粉末を600～1700℃の温度範囲、好ましくは800～1200℃の温度範囲にて加熱処理した活性抑制型酸化亜鉛粉末を使用する。600℃未満では、活性の抑制が不十分であり、また、1700℃を超えると、酸化亜鉛が昇華し、このガスは有毒であるため、環境や人体に対して好ましくない等の問題があり、上記温度範囲で加熱処理する必要がある。

【0008】加熱時間としては、0.1～48時間が好ましく、更に好ましくは1～12時間である。0.1時間未満では活性抑制が不十分となり、48時間を超えると生産コストが高くなる場合がある。

【0009】加熱方法としては、坩堝等の容器に入れた酸化亜鉛粉末をガスや電気を用いて直接加熱する方法や、電磁波を用いる方法等が挙げられるが、上記の温度条件にあれば特に限定されない。

【0010】本発明では、得られた活性抑制型酸化亜鉛粉末を更に、シリコン処理、シリコン樹脂処理、シラン処理、アルキルシラン処理、チタンカップリング剤処理、フッ素化合物処理、油剤処理、金属石鹸処理、ワックス処理、アミノ酸処理、N-アシル化リジン処理、金属酸化物処理、プラズマ処理、粘剤処理等の従来公知の方法で表面処理して用いることが可能である。尚、フッ素化合物処理の例としては、パーフルオロアルキルリ

ン酸エステル塩、パーフルオロポリエーテル、フッ素含有シリコン化合物、パーフルオロアルキルシラン等が挙げられる。

【0011】本発明で用いる無機粉末としては、粒径が0.05~100 $\mu$ mの範囲にある物が好ましい。0.05 $\mu$ m未満では、酸化亜鉛粉体との複合化が難しく、また100 $\mu$ mを超えると、化粧品に配合した場合に感触が好ましくない場合がある。無機粉末の形状としては、球状、板状、紡錘状、不定形状、棒状、鱗片状等の形状が挙げられるが特に限定されない。

【0012】本発明で用いる上記無機粉末の例としては、アパタイト、ヒドロキシアパタイト、黄酸化鉄、赤色酸化鉄、黒酸化鉄、酸化クロム、群青、紺青等の有色顔料、酸化チタン、酸化セリウム等の白色顔料、タルク、マイカ、セリサイト、カオリン等の体質顔料、雲母チタン等のパール顔料、硫酸バリウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、珪酸アルミニウム、珪酸マグネシウム等の金属塩、シリカ、アルミナ、ベントナイト、スメクタイト、窒化ホウ素、炭化珪素、窒化珪素等が挙げられる。

【0013】本発明では、これらの無機粉末を前記同様、更に、シリコン油処理、シリコン樹脂処理、シラン処理、アルキルシラン処理、チタンカップリング剤処理、フッ素化合物処理、油剤処理、金属石鹸処理、ワックス処理、アミノ酸処理、N-アシル化リジン処理、金属酸化物処理、プラズマ処理、粘剤処理等の従来公知の方法で表面処理して用いることが可能である。尚、フッ素化合物処理の例としては、パーフルオロアルキルリン酸エステル塩、パーフルオロポリエーテル、フッ素含有シリコン化合物、パーフルオロアルキルシラン等が挙げられる。

【0014】本発明は、上記活性抑制型酸化亜鉛粉体を無機粉末で複合化することによって、化粧料の使用時の感触に優れた複合粉体に関するが、発明で言う複合化とは、①湿式混合・乾燥法やスプレードライヤー等を用いて粉体同士を凝集処理や付着処理すること、②ボールミル等を用いてメカノケミカル的に複合化を生じさせること、③カップリング剤や接着性の樹脂等を用いて化学的に粉体同士を結合させること等を言う。複合化粉体の形状は、使用する複合化処理方法、粒径等により大きく変化するため、特に限定されない。

【0015】本発明の活性抑制型酸化亜鉛粉体と無機粉末との複合化の比率としては重量比で、1:99~99:1の範囲であることが好ましい。これ以外の範囲では、複合化の効果が弱く、感触等の機能が十分に発揮できない場合がある。

【0016】本発明では、上記複合粉体と共に、紫外線防御剤（無機系および有機系を含む）、抗酸化剤、ラジカル消去剤から選ばれる1種以上の成分を配合することが本発明の目的を達成するためには好ましい。

【0017】紫外線防御剤としては、UV-A（波長400~320nm）、UV-B（320nm~280nm）に対応する吸収特性を有する有機系及び無機系の紫外線防御剤が使用できる。有機系紫外線防御剤の例としては、例えば、パラメトキシケイ皮酸2-エチルヘキシル、パラジメチルアミノ安息香酸2-エチルヘキシル、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン-5-硫酸、2,2'-ジヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、p-メトキシヒドロキソ皮酸ジエタノールアミン塩、パラアミノ安息香酸（以後、PABAと略す）、サリチル酸ホモメンチル、メチルーO-アミノベンゾエート、2-エチルヘキシル-2-シアノ-3,3-ジフェニルアクリレート、オクチルジメチルPABA、メトキシケイ皮酸オクチル、サリチル酸オクチル、2-フェニルーベンズイミダゾール-5-硫酸、サリチル酸トリエタノールアミン、3-(4-メチルベンジリデン)カンフル、2,4-ジヒドロキシベンゾフェニン、2,2',4,4'-テトラヒドロキシベンゾフェノン、2,2'-ジヒドロキシ-4,4'-ジメトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-N-オクトキシベンゾフェノン、4-イソプロピルジベンゾイルメタン、ブチルメトキシジベンゾイルメタン、4-(3,4-ジメトキシフェニルメチレン)-2,5-ジオキソ-1-イミダゾリジンプロピオン酸-2-エチルヘキシル等が挙げられる。更に、これらの骨格を基に、炭化水素系高分子やシリコン系高分子、シラン等で誘導体化した化合物も使用可能である。

【0018】無機系紫外線防御剤の例としては、平均一次粒子径が5~300nmの範囲にある二酸化チタン、低次酸化チタン、酸化セリウム、酸化コバルト、酸化セリウム・ジルコニウム、酸化鉄類等の粉体が挙げられる。また、これらの粉体の形状としては、球状、紡錘状、棒状、不定形状、板状等が挙げられるが特に限定されない。また、これらの粉体を更に従来公知の方法で表面処理を行っても構わない。表面処理の例としては、前記同様の従来公知の表面処理を挙げることができる。

【0019】抗酸化剤、ラジカル消去剤の例としては、例えば、トコフェロール類、SOD（スーパーオキシドディスムターゼ）、フェノール類、テルペン類、ブチルヒドロキシトルエン、ビタミンC、植物抽出成分（茶抽出物、米糠油、丁字抽出物、蔬菜抽出物、柿抽出物等）、カテキン類、葉緑素、ポリフィリン類、微生物産生成成分等の従来公知の物質が挙げられる。

【0020】本発明の化粧料では、上記成分の他に、通常化粧料に用いられる粉体（顔料、色素、樹脂）、油剤、フッ素化合物、樹脂、界面活性剤、粘剤、防腐剤、香料、保湿剤、生理活性成分、塩類、溶媒、キレート剤、中和剤、pH調整剤、セラミド類等の成分を同時に配合することが好ましい。

【0021】本発明で、必須成分である前記複合粉体の他に化粧料中に適宜配合することができる粉体としては、例えば、赤色104号、赤色201号、黄色4号、青色1号、黒色401号等の色素、黄色4号A1レーキ、黄色203号Baレーキ等のレーキ色素、ナイロンパウダー、シルクパウダー、ウレタンパウダー、テフロンパウダー、シリコーンパウダー、セルロースパウダー等の高分子、黄酸化鉄、赤色酸化鉄、黒酸化鉄、酸化クロム、カーボンブラック、群青、紺青等の有色顔料、酸化亜鉛、酸化チタン、酸化セリウム等の白色顔料、タルク、マイカ、セリサイト、カオリン等の体質顔料、雲母チタン等のパール顔料、硫酸バリウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、珪酸アルミニウム、珪酸マグネシウム等の金属塩、シリカ、アルミナ等の無機粉体、ベントナイト、スメクタイト等が挙げられる。これらの粉体の形状、大きさ、表面処理に特に制限はないが、表面処理としては、シリコーン処理、フッ素化合物処理、N-アシル化リジン処理、粘剤処理等が好ましい。

【0022】油剤の例としては、セチルアルコール、イソステアリルアルコール、ラウリルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オクチルドデカノール等の高級アルコール、イソステアリン酸、ウンデシレン酸、オレイン酸等の脂肪酸、グリセリン、ソルビトール、エチレングリコール、プロピレングリコール、ポリエチレングリコール等の多価アルコール、ミリスチン酸ミリスチル、ラウリン酸ヘキシル、オレイン酸デシル、ミリスチン酸イソプロピル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、モノステアリン酸グリセリン、フタル酸ジエチル、モノステアリン酸エチレングリコール、オキシステアリン酸オクチル等のエステル類、流動パラフィン、ワセリン、スクワラン等の炭化水素、ラノリン、還元ラノリン、カルナバロウ等のロウ、ミンク油、カカオ脂、ヤシ油、パーム核油、ツバキ油、ゴマ油、ヒマシ油、オリーブ油等の油脂、エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・コオリゴマー等が挙げられる。

【0023】また、別の形態の油剤の例としては、例えば、ジメチルポリシロキサン、メチルヒドロジェンポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン、フルオロアルキル・ポリオキシアルキレン共変性ポリシロキサン、アルキル変性オルガノポリシロキサン、末端変性オルガノポリシロキサン、フッ素変性オルガノポリシロキサン、アモジメチコン、アミノ変性オルガノポリシロキサン、糖変性シリコーン、グリセリル変性シリコーン、シリコーンゲル、アクリルシリコーン、トリメチルシロキシケイ酸、シリコーンRTVゴム等のシリコーン化合物、パーフルオロポリエーテル、フッ化ピッチ、フルオロカーボン、フルオロアルコール、フッ素化シリコーンレジン等のフッ素化合物が挙げられる。

【0024】界面活性剤としては、例えば、アニオン型

界面活性剤、カチオン型界面活性剤、ノニオン型界面活性剤、ベタイン型界面活性剤を用いることができる。

【0025】本発明の化粧料に用いることができる溶媒としては、精製水、エタノール、軽質流動イソパラフィン、低級アルコール、エーテル類、LPG、フルオロカーボン、N-メチルピロリドン、フルオロアルコール、パーフルオロポリエーテル、代替フロン、揮発性シリコーン等が挙げられる。

【0026】本発明の化粧料としては、ファンデーション、白粉、アイシャドウ、アイライナー、チーク、口紅、ネイルカラー等のメイクアップ化粧料、乳液、クリーム、ローション、サンスクリーン剤、サンタン剤、アフターシェーブローション、プレシェーブローション、バック料、クレンジング料、洗顔料等の基礎化粧料、ヘアカラー、ボディパウダー、デオドラント、石鹸、ボディシャンプー、入浴剤、香水等が挙げられる。

【0027】また、本発明の化粧料における、複合粉体の配合量としては、化粧料100重量部あたり、0.1~100重量部が好ましく、更に好ましくは0.5~60重量部である。

【0028】

【実施例】以下、実施例及び比較例によって本発明を具体的に説明する。尚、各種活性の評価試験、官能特性評価試験、紫外線防御効果試験は次の方法で行った。

【0029】(1) 固体酸活性評価試験

福井らの方法(色材、55巻、12号、864~871頁、1982年)に従い、パルスリアクターを用いてイソプロピルアルコールの転化反応の反応生成物(プロピレン、アセトン)をガスクロマトグラフで分析し、活性を評価した。比較例の固体酸活性を100とし、実施例の固体酸活性をAとした時、Aの値から表1に示す基準に従って評価を行った。

【0030】

【表1】

Aの値	評 価
0~25	○
26~50	△
51以上	×

【0031】(2) 活性評価試験(変質の有無)

実施例及び比較例の複合粉体を白色ワセリン中に5重量%の割合で混合し、60℃にて10日間放置した時の外観所見と臭いから、変質の有無を判定した。

【0032】(3) 官能特性評価試験

専門パネラー10名を用いて、試作品の化粧料を肌に塗布し、その官能特性を評価した。感触に優れるを+5点、感触が悪いを0点とし、その間を計4段階で評価し、全員の点数の合計を以て評価結果とした。従って、

点数が高いほど、評価が高いことを示す。

#### 【0033】(4) 紫外線防御効果試験

専門パネラー10名を用いて、試作品の化粧料を肌に塗布し、その紫外線防御効果を評価した。日中(1日)、屋外でテニスを行い、日焼け(即時黒化)の状態から表2に示す評価基準に従って評価した。パネラー全員の点数の合計を以て評価結果とした。従って、点数が高いほど、紫外線防御効果が高いことを示す。

#### 【0034】

【表2】

状 態	点 数
即時黒化が全く認められない	+5点
やや即時黒化が認められる	+2点
黒化が認められる	0点

#### 【0035】実施例1

平均一次粒子径が16nmの微粒子酸化亜鉛を800℃にて4時間加熱したもの、N-ラウロイル-L-レシジンを用いて3重量%被覆した改質微粒子酸化亜鉛を得た。次に、イソプロピルアルコール溶媒中で改質微粒子酸化亜鉛と平均一次粒子径11μmのセリサイトとフッ素化シリコン樹脂を15:83:2の重量比にて混合した後、溶媒を減圧下に加熱除去した。得られた粉末を110℃にて3時間加熱乾燥した後、ミキサーを用いて粉碎し、目的とする複合粉体を得た。得られた複合粉体は、セリサイト表面を微粒子酸化亜鉛が均一に被覆した形を取っていた。

#### 【0036】実施例2

平均一次粒子径が16μmの酸化亜鉛を1100℃にて6時間加熱し、改質酸化亜鉛粉体を得た。次に、ミキサーを用いて改質酸化亜鉛粉体と平均一次粒子径が8μmのシリカとを50:50の重量比にて粗混合した後、オングミル(ホソカワミクロン社製)を用いてメカノケミカル的に複合化を実施し、目的とする複合粉体を得た。得られた複合粉体は、シリカ表面を酸化亜鉛粉体が覆っている形状を取っていた。

#### 【0037】実施例3

平均一次粒子径が12μmの板状酸化亜鉛を900℃にて6時間加熱し、改質板状酸化亜鉛粉体を得た。次に、水中で改質板状酸化亜鉛粉体と平均一次粒子径8nmのシリカと平均一次粒子径30nmのアルミナを90:5:5の重量比にてよく混合した後、粉体重量比5重量%のデオキシリボ核酸(DNA)で被覆処理を行い、加熱乾燥した後、アトマイザーにて粉碎を行って目的とする複合粉体を得た。得られた複合粉体は、酸化亜鉛粉体表面をシリカとアルミナがほぼ覆っている形状を取っていた。

#### 【0038】比較例1

実施例1の改質微粒子酸化亜鉛の代わりに実施例1で用いたのと同じ未加熱の微粒子酸化亜鉛を用いた他は全て実施例1と同様にして複合粉体を得た。

#### 【0039】比較例2

実施例2の改質酸化亜鉛の代わりに実施例2で用いたのと同じ未加熱の酸化亜鉛を用いた他は全て実施例2と同様にして複合粉体を得た。

#### 【0040】比較例3

実施例3の改質板状酸化亜鉛の代わりに実施例3で用いたのと同じ未加熱の板状酸化亜鉛を用いた他は全て実施例3と同様にして複合粉体を得た。

#### 【0041】比較例4

平均一次粒子径が16nmの微粒子酸化亜鉛を800℃にて4時間加熱したもの、N-ラウロイル-L-レシジンを用いて3重量%被覆して改質微粒子酸化亜鉛を得、これと平均粒子径11μmのセリサイトとを17:83の重量比にてミキサーを用いて混合し、単なる混合粉体を得た。

#### 【0042】実施例4

下記の表3に示す処方に従ってファンデーションを得た。尚、フッ素処理顔料としては、パーフルオロアルキルリン酸エステル塩5重量%処理品を使用した。更に、シリコンエラストマー/ジメチルポリシロキサン混練物としては、シリコンエラストマー濃度が40重量%のものを使用した。配合量の単位は重量%である。

#### 【0043】

【表3】

配 合 成 分	配合量
成分A	
複合粉体 (実施例1)	15.5
複合粉体 (実施例2)	1
複合粉体 (実施例3)	10
フッ素処理アルミナシリカ処理微粒子酸化チタン (平均一次粒子径35nm)	5
フッ素処理酸化鉄	4.5
フッ素処理酸化チタン (平均一次粒子径0.23 $\mu$ m)	8
フッ素処理タルク	19
フッ素処理板状硫酸バリウム	20
成分B	
シリコーンエラストマー/ジメチルポリシロキサン混練物	10
パーフルオロアルキル・ポリオキシアルキレン共変性 ポリシロキサン (HLB=1.1)	3
有機系紫外線防御剤 (ジボダン社製パラソルMCX)	3
パーフルオロポリエーテル	1
防腐剤, 抗酸化剤	適量

【0044】成分A、Bをそれぞれミキサーを用いて混合した。混合した成分Aを攪拌しながら、混合した成分Bをゆっくりと滴下した。更にミキサーを用いてよく混合した後、アトマイザーを用いて粉碎を行い、金型を用いて金皿に打型してファンデーションの製品を得た。

#### 【0045】比較例5

実施例4で複合粉体 (実施例1) の代わりに比較例1の複合粉体を用い、複合粉体 (実施例2) の代わりに、比較例2の複合粉体を用い、複合粉体 (実施例3) の代わりに、比較例3の複合粉体を用いた他は全て実施例4と同様にしてファンデーションの製品を得た。

#### 【0046】比較例6

実施例4で複合粉体 (実施例1～3) の代わりに比較例4の複合粉体を用いた他は全て実施例4と同様にしてファンデーションの製品を得た。

【0047】下記表4及び表5に、実施例及び比較例で作製した複合粉体の固体酸活性と活性 (変質の有無) の評価結果を示す。

#### 【0048】

##### 【表4】

	比較対象	固体酸活性
実施例1	比較例1	○
実施例2	比較例2	○
実施例3	比較例3	○

#### 【0049】

##### 【表5】

	活性 (変質の有無)
実施例1	問題なし
実施例2	問題なし
実施例3	問題なし
比較例1	変臭発生
比較例2	変臭発生
比較例3	やや変臭発生
比較例4	問題なし

【0050】表4の結果から、実施例1～3は比較例1～3に比して、触媒活性が大幅に低下していることが判った。表5は、加速テストの結果であるが、活性を抑制してない酸化亜鉛粉体を配合した比較例1～3は製品が経時で変臭を発生する可能性があるのに対して、実施例1～3では経時での変臭の発生の可能性が大幅に低下していることが判った。

【0051】下記表6に、実施例4及び比較例5～6で作製したファンデーションの評価結果を示す。

#### 【0052】

##### 【表6】



	官能特性	紫外線防御効果
実施例4	46	50
比較例5	45	50
比較例6	31	50

【0053】表6より、実施例4の高温で加熱した活性抑制型の改質酸化亜鉛粉体の複合粉体を使用した場合でも、凝集や融着などの現象は発生せず、従来の製品と同様の官能特性と紫外線防御効果を有していることが判った。そして、製品を連用した場合にも、肌への影響は認

められなかった。また、実施例4は酸化亜鉛粉体由来の皮脂吸着特性にも優れた性能を有していた。更に、比較例6の結果から、複合化を行わず単純に改質酸化亜鉛粉体と無機粉末との混合物を使用した場合、複合化を行った場合と比べて官能特性が悪化することが判った。

【0054】

【発明の効果】以上のことから、本発明の複合粉体は、酸化亜鉛粉末の活性が抑制され、また該複合粉体を含有する本発明の化粧料は、より安定性、安全性に優れ、かつ使用時の感触、紫外線防御効果に優れていることは明らかである。